

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛАТИНЫ И РЕНИЯ В КАТАЛИЗАТОРАХ МЕТОДОМ АЭС-ИСП

¹*Г.Л.Бухбиндер*, ²*В.А.Коротков*, ²*Н.П.Шихарева*

¹Представительство Intertech Trading Corporation в Красноярске, 660049, Красноярск, ул. Ленина, 52, офис 8/1, e-mail intertech@online.nsk.su

²ООО «Институт Гипроникель», 195220, Санкт-Петербург, Гражданский проспект, 11, e-mail VAKor@nikel.spb.su

Для определения платины и рения в отработанных катализаторах нефтехимического производства идеально подходит метод атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП), который обеспечивает приемлемую чувствительность при минимальных затратах на выполнение измерений.

Традиционно для растворения отработанных алюмоплатиновых катализаторов, основу которых составляет оксид алюминия, используют сплавление образцов или доплавление нерастворимого остатка от кислотного разложения. Эти варианты отличаются длительностью, большой трудоемкостью, и они создают в анализируемых растворах высокий солевой фон. Солевой фон приводит к снижению чувствительности метода АЭС-ИСП.

В настоящей работе разработана методика определения платины и рения в отработанных катализаторах с использованием кислотного растворения образцов в нагреваемых закрытых пробирках. Результаты определения массовых долей платины и рения в отработанных алюмоплатиновых катализаторах выдаются с учётом потерь при прокаливании при температуре 850°C. Образцы для растворения отбирали из прокалённого материала пробы массой 0,1 г и растворяли в смеси соляной и плавиковой кислот при температуре 110°C в системе HotBlock. Далее добавляли азотную кислоту для образования в растворе царской водки, чтобы растворить платину и рений, и продолжали растворение при температуре 110°C.

Разработанный вариант растворения отличается простотой, минимальным расходом реактивов, отсутствием нерастворимого остатка, экспрессностью - позволяет в течение 1 часа подготовить пробы катализаторов для выполнения измерений на спектрометре.

Полученные растворы анализировали на спектрометрах серии iCAP 6000 Duo. Выполняли определение рения по линии Re II 227,525 нм и платины по линии Pt I 265,945 нм с использованием линий внутреннего стандарта индия – In II 230,606 нм и In I 325,609 нм, соответственно.

По разработанной методике были проанализированы отработанные алюмоплатино-рениевые катализаторы. Относительное СКО при определении Pt и Re в диапазоне найденных содержаний от 0,1 до 0,5% составило 1,5% отн.

Методика может быть использована для входного контроля отработанных катализаторов и контроля процесса их переработки.